

## PATENT ABSTRACT

JP-A-54-99494

Date of publication: August 6, 1979

Patent Application No. 53-6022

Date of application: January 23, 1978

### Scope of Claim(s):

A method for producing a test paper for determining sulfate ions, characterized in that an aqueous solution containing sodium rhodizonate and a sodium-supplying substance is impregnated into a filter paper, and the filter paper is then dried.

When the test paper produced in accordance with the method of the present invention is used as an indicator for quantitative determination of sulfate ions, the determination is conducted as follows.

At first, a predetermined amount of test liquid is placed in a test tube with ground-in stopper, and an aqueous barium chloride solution of a constant concentration is added thereto little by little with a simplified burette or a syringe, followed by shake-mixing. Every time after the addition and shake-mixing, a small piece of the test paper is inserted into the test tube with a pair of tweezers to impregnate the test liquid into the test paper, and the change of color tone of the test paper is observed. When the test paper turns orange from yellow, the total added amount of the aqueous barium chloride solution is determined. Using this total added amount and a preliminarily prepared calibration curve, the concentration of sulfate ions is determined.

⑩日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭54-99494

⑬Int. Cl.<sup>2</sup>  
G 01 N 31/22

識別記号 ⑭日本分類  
1 1 2 113 D 1

庁内整理番号 ⑮公開 昭和54年(1979)8月6日  
6514-2G

発明の数 1  
審査請求 有

(全 3 頁)

⑯硫酸イオン測定用試験紙の製造法

団地 日本油化工業株式会社横  
浜工場内

⑰特 願 昭53-6022

⑰出 願 人 日本油化工業株式会社

⑰出 願 昭53(1978)1月23日

横浜市中区海岸通り3-9 郵  
船ビル内

⑰発 明 者 西方宏之  
横浜市戸塚区上矢部町第二工業

⑰代 理 人 弁理士 阿形明

明 細 書

1. 発明の名称 硫酸イオン測定用試験紙の製造法

2. 特許請求の範囲

(1) ロジゾン酸ナトリウム及びナトリウム供給物質を含む水溶液をろ紙類に含浸させ、次いで乾燥させることを特徴とする硫酸イオン測定用試験紙の製造法。

(2) ナトリウム供給物質が弱アルカリ性のナトリウム塩又は中性のナトリウム塩である特許請求の範囲第1項記載の製造法。

(3) 乾燥が暗所にて急速に加熱することにより行われる特許請求の範囲第1項記載の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はロジゾン酸ナトリウムとナトリウムイオン供給物質を含む硫酸イオン測定用試験紙の製造法に関するものである。

これまで硫酸イオンの定量法としては重量分析法、定量分析法、比色及び比濁分析法、ポーラロ

グラフィーによる方法などが知られているが、これらのどの方法も水溶液中の硫酸イオンの定量法としては有効なものであつても、被検水が油状物などの乳濁しているとき、あるいは硬度成分含有量が多いときは適当な方法とはいえない。

そのため、通常の被検水はもちろん、乳化油濁している被検水中の硫酸イオンでも好適に、かつ簡便に定量しうる方法が望まれるところである。

本発明者はこの目的を達成するためにこれまで2価の陽イオンの検出用試薬として知られるロジゾン酸ナトリウムを使用する方法に着目した。この検出法は黄色のロジゾン酸ナトリウムが、例えば2価のバリウムイオンと反応して橙色のキレート化合物であるロジゾン酸バリウムを形成することを利用したものである。

したがつて、このロジゾン酸ナトリウムを硫酸イオンの定量用指示薬として利用する場合は、まず被検水中の硫酸イオンに塩化バリウム溶液を徐々に加えて目的とする硫酸イオンをすべて溶解度の小さい硫酸バリウムの沈殿とし、その際、過剰

のバリウムイオンが存在するときはロジゾン酸バリウムを形成するので、色調が変化するまで加えた塩化バリウムの量を知ればこれにより硫酸イオンの定量が可能となる。本発明者はこのことに着目し、ロジゾン酸ナトリウムをろ紙類に含浸させれば簡便、かつ利用価値の極めて高い硫酸イオン定量用試験紙となるのではないかと考えた。

しかしながら、このロジゾン酸ナトリウムの最大の欠点は水溶液ではもちろん、それをろ紙類に含浸させ乾燥させたものでも外気に曝した場合簡単に退色し、不安定なことである。そのため、本発明者はロジゾン酸ナトリウムの安定化を図るべく、これまで鋭意研究を続けてきた。その結果、意外にも安定化剤としてナトリウムイオン供給物質、例えば弱アルカリ性又は中性のナトリウム塩をロジゾン酸ナトリウムと共にろ紙類に含浸させるだけで安定化に著しい効果があることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。すなわち、本発明はロジゾン酸ナトリウム及びナトリウム供給物質を含む水溶液をろ紙類に含浸

させ、次いで乾燥させることを特徴とする硫酸イオン定量用試験紙の製造法を提供するものである。

本発明においてロジゾン酸ナトリウムの安定化剤となるナトリウムイオン供給物質は、例えば酢酸ナトリウムなどの弱アルカリ性のナトリウム塩及び塩化ナトリウムなどの中性のナトリウム塩が好適である。

水溶液におけるロジゾン酸ナトリウムの濃度は特に制限されることはない。例えば、0.2重量%付近の濃度のものを使用してもろ紙類に含浸させた場合視覚指示薬として十分その機能を発揮する。また、ナトリウムイオン供給物質の濃度も特に制限されることはないが、使用するロジゾン酸ナトリウムの濃度の約5.0%以上、好ましくは同程度で十分にその安定化を図ることができる。

次に、前記のようにして調製した溶液をろ紙類に含浸させるが、この場合使用するろ紙類はできるだけ乾燥したものを使用するのが好ましい。溶液をろ紙類に含浸させる場合は溶液にろ紙類を浸せきしてもよく、あるいは溶液をろ紙類に滴下

してもよく、あるいは溶液をろ紙類に滴下してもよい。ろ紙類を溶液に浸せきする場合は浸せき時間は短い方がよい。例えば、ろ紙類を静かに液に浸し、ただちに引き上げた場合の方が30分以上静かに浸せきした場合よりも色の濃さ、色の均一性など定着性が優れたものとなる。また、浸せき中にかきまぜると定着性は劣化する。

次に、前記のようにしてロジゾン酸ナトリウム及びナトリウムイオン供給物質を含浸させたろ紙は暗所で急速に加熱乾燥される。暗所で行うのは日光、空気などロジゾン酸ナトリウムを酸化する要素を避けるためである。また急速に乾燥させるのは外気との接触時間をできるだけ短くするためである。乾燥温度は一般に高い方が定着性が良く約110℃付近が最も好ましい。

以上のようにして製造された試験紙はロジゾン酸ナトリウムの定着性に優れ、明瞭な黄色をしている。しかし、試験紙の製造及び保管の方法によつては、むらが出てきたり、退色し、ついには白紙状になるので注意が必要である。試験紙を安定に

保持するためにはロジゾン酸ナトリウムが湿気に不安定なため良好な乾燥状態に置くこと、日光、空気などロジゾン酸ナトリウムを酸化する要因を避けることである。

本発明方法により製造された試験紙を硫酸イオンの定量用指示薬として使用する場合は次のようにして行う。

まず被検水の一定量を共役付試験管に採り、これに簡易ビュレット又はシリンジを使用し、一定濃度の塩化バリウム水溶液を小刻みに添加し、振とう混合する。そのつど小試験紙片をピンセットで試験管中に差し込み検水を添わせて、試験紙の色調変化を観察する。試験紙が黄色から橙色に変化したときの塩化バリウム溶液の添加量合計から予め作成した検量線により硫酸イオン濃度を知ることができる。

以上のように本発明方法によつて製造された試験紙は硫酸イオン定量用視覚指示薬として極めて利用価値の高いものである。

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明

する。

#### 実施例1

ロジゾン酸ナトリウムの0.2%水溶液にろ紙を静かに浸せきしただちに引き上げた後これを110℃の温度で暗所にて乾燥した。このものはロジゾン酸ナトリウムの定着性(色の濃さ及び均一性)が極めて優れたものであつた。他方、ろ紙を30分以上静かに浸せきしたもの、ろ紙を浸せきしたまま液を10分間かき混ぜたもの及びろ紙で液を10分間かき混ぜたものを同様に乾燥したが、これらの場合はロジゾン酸ナトリウムの定着性が劣化した。特に、液をかき混ぜたものは定着性の劣化が大きかつた。

#### 実施例2

実施例1と同様にロジゾン酸ナトリウムの0.2%水溶液にろ紙を静かに浸せきしただちに引き上げたものを外気中、80℃及び110℃の異なる条件で乾燥した。ロジゾン酸ナトリウムの定着性は110℃で乾燥したものが最も良く、80℃で乾燥したものは定着性にかなりの劣化がみられ、外気中で乾燥したものはほとんど退色していた。

#### 調製した。

次いで、これらの各溶液にろ紙を静かに浸せきし、ただちに引き上げた後110℃暗所にて乾燥した。

このようにして調製した試験紙の外気中における安定性は、ロジゾン酸ナトリウム0.2%と酢酸ナトリウム0.1%からなる水溶液に浸せきしたものが最も優れ、次いでロジゾン酸ナトリウム0.2%と塩化ナトリウム0.1%からなる水溶液に浸せきしたものであつた。ロジゾン酸ナトリウム0.2%のみからなる水溶液に浸せきしたものはほとんど退色していた。

#### 実施例6

実施例5で調製したロジゾン酸ナトリウム0.2%と酢酸ナトリウム0.1%からなる水溶液とこれとは別にロジゾン酸ナトリウム0.2%と酢酸ナトリウム0.2%からなる水溶液を調製し、以後実施例5と同様の処理し、試験紙の外気中における安定性を調べたところ後者の方が安定性に優れていた。

#### 実施例3

実施例2の110℃における乾燥を光線の入る所と暗所で行ったところ、後者の方がロジゾン酸ナトリウムの定着が良好であつた。

#### 実施例4

実施例3において110℃暗所で乾燥したものを乾燥剤を入れた褐色瓶、乾燥剤を入れた白色瓶、白色及び褐色瓶及び外気中のそれぞれ異なる場所保存し、その安定性を調べた。その結果、安定性は乾燥剤を入れた褐色瓶に保存したものが最も優れ、次いで良好なのは乾燥剤を入れた白色瓶に保存したものであつた。乾燥剤を入れない白色及び褐色瓶に保存したものは前者に比較しかなり退色し、外気中に保存したものは全く退色していた。

#### 実施例5

ロジゾン酸ナトリウム0.2%水溶液、ロジゾン酸ナトリウム0.2%と酢酸ナトリウム0.1%からなる水溶液及びロジゾン酸ナトリウム0.2%と塩化ナトリウム0.1%からなる水溶液の3種類の溶液を

#### 使用例

油状物等で乳濁しかつ硬度成分含有量の多い被検水について、重量分析法、比色分析法及び本発明の試験紙による分析法で硫酸イオン(ppm)を測定したところ、結果は下表の通りで、本発明に成る分析法と重量法による測定は近似した値が得られた。

	検水1	検水2	検水3
比色法	726	1323	860
重量法	586	1100	680
試験紙法	592	1127	703
(備考) 全硬度(ppm)	156	176	180

特許出願人 日本油化工業株式会社  
代理人 岡 形 明